

# **Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)**

International application number: PCT/JP05/001644

International filing date: 28 January 2005 (28.01.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: US

Number: 60/543,400

Filing date: 11 February 2004 (11.02.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 31 March 2005 (31.03.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

08. 3. 2005

PA 1253842

THE UNITED STATES OF AMERICA

TO ALL TO WHOM THESE PRESENTS SHALL COME:

UNITED STATES DEPARTMENT OF COMMERCE

United States Patent and Trademark Office

December 01, 2004

THIS IS TO CERTIFY THAT ANNEXED HERETO IS A TRUE COPY FROM  
THE RECORDS OF THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK  
OFFICE OF THOSE PAPERS OF THE BELOW IDENTIFIED PATENT  
APPLICATION THAT MET THE REQUIREMENTS TO BE GRANTED A  
FILING DATE UNDER 35 USC 111.

APPLICATION NUMBER: 60/543,400

FILING DATE: February 11, 2004

By Authority of the  
COMMISSIONER OF PATENTS AND TRADEMARKS



P. SWAIN  
Certifying Officer



**PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT COVER SHEET**  
This is a request for filing a PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT under 37 CFR 1.53(c).

## INVENTOR(S)

Given Name (first and middle [if any]) Tadashi YONEDA	Family Name or Surname	Residence (City and either State or Foreign Country) Chiba JAPAN	

U.S. PTO  
22858  
60/543400

021104

 Additional inventors are being named on the \_\_\_\_\_ separately numbered sheet(s) attached heretoTITLE OF THE INVENTION (500 characters max)  
METHOD FOR STABILIZING OILY THICKENED GEL-LIKE COMPOSITION

## CORRESPONDENCE ADDRESS

Direct all correspondence to the address for SUGHRUE MION, PLLC filed under the Customer Number listed below:

WASHINGTON OFFICE

23373

CUSTOMER NUMBER

## ENCLOSED APPLICATION PARTS (check all that apply)

Specification <input checked="" type="checkbox"/>	Japanese Lang.   Number of Pages   15	<input type="checkbox"/> CD(s), Number _____
<input type="checkbox"/> Drawing(s)   Number of Sheets _____		<input type="checkbox"/> Other (specify) _____
<input type="checkbox"/> Application Data Sheet. See 37 CFR 1.76		

## METHOD OF PAYMENT OF FILING FEES FOR THIS PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT

<input type="checkbox"/> Applicant claims small entity status. See 37 CFR 1.27.
<input checked="" type="checkbox"/> A check or money order is enclosed to cover the Provisional filing fees. The USPTO is directed and authorized to charge all required fees, except for the Issue Fee and the Publication Fee, to Deposit Account No. 19-4880. Please also credit any overpayments to said Deposit Account.
<input type="checkbox"/> The USPTO is hereby authorized to charge the Provisional filing fees to our Deposit Account No. 19-4880. The USPTO is directed and authorized to charge all required fees, except for the Issue Fee and the Publication Fee, to Deposit Account No. 19-4880. Please also credit any overpayments to said Deposit Account.

FILING FEE  
AMOUNT (\$)

\$160.00

The invention was made by an agency of the United States Government or under a contract with an agency of the United States Government.

<input checked="" type="checkbox"/> No.
<input type="checkbox"/> Yes, the name of the U.S. Government agency and the Government contract number are:

Respectfully submitted,

SIGNATURE Bruce E. Kramer

DATE February 11, 2004

TYPED or PRINTED NAME Bruce E. Kramer

REGISTRATION NO. 33,725

TELEPHONE NO. (202) 293-7060

DOCKET NO. P79826

**USE ONLY FOR FILING A PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT**

【書類名】明細書

【発明の名称】油性増粘ゲル状組成物の安定化方法

【技術分野】

【0001】

本発明は油性増粘ゲル状組成物の保存安定性を向上する方法、該方法によって安定化された油性増粘ゲル状組成物及びそれらを含む化粧料に関する。

【背景技術】

【0002】

従来より、油性のゲル状組成物を得る方法としては、液状油性成分に無水ケイ酸を配合する方法、金属石鹼を配合する方法、多価アルコールと非イオン性界面活性剤を配合する方法等が知られている。

例えば、特開昭62-53910号公報（特許文献1）には親水性非イオン性界面活性剤、分子内に水酸基を有する水溶性物質、油成分及び水から得られる液晶型化粧料が開示されている

【0003】

特開平3-141212号公報（特許文献2）には低極性油、金属石鹼、及び非イオン性界面活性剤を配合してなるソル状の非水系化粧料が開示されている。特開平6-48921号公報（特許文献3）にはフッ素系高分子と液状油を含有するクレンジング剤組成物が開示されている。特開平9-255520号公報（特許文献4）には多価アルコール40～70質量%、非～低極性成分10～50質量%、親水性界面活性剤1～30質量%を含有する非水化粧料が開示されている。

【0004】

特開平10-139627号公報（特許文献5）には脂肪相、炭素数5～7の炭水化物脂肪エステル、多価アルコールを含む透明ゲルが開示されている。特開2000-26238号公報（特許文献6）にはジグリセリンテトラオレートと炭素数16～30のイソパラフィンを含有するジェル状化粧料が開示されている。特開2000-229816号公報（特許文献7）にはデキストリン脂肪酸エステル、重質流動パラフィン、常温で液状の油性成分を含有する非固形非水系油性化粧料が開示されている。特開2000-239123号公報（特許文献8）には炭素数12～30の不飽和または分岐アルコール、両性界面活性剤、水からなる油性ゲル状組成物が開示されている。

【0005】

しかしながら、無水ケイ酸、金属石鹼、非イオン性界面活性剤等を配合する方法ではゲル化させるためにこれらの成分を多量に配合する必要があり、皮膚上での伸びが悪い、人により皮膚刺激性が問題となる場合がある、オイル含量が低く、液状のクレンジングオイルに比べクレンジング性が劣る、等の問題があった。また、デキストリン脂肪酸エステルを配合する方法では、ゲルが崩れやすく、安定性が十分ではなかった。上記のように従来の油性増粘ゲル状組成物はいずれも十分に満足の得られるものではなかった。

【0006】

本発明者らは、リボペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤、水及び／または多価アルコール、および油性成分を含む油性増粘ゲル状組成物が調製できることを見いだし、特開2003-176211号公報（特許文献9）に開示している。

【0007】

しかしながら、油性成分としてポリオキシエチレンリセリルエーテル脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルピットエーテル脂肪酸エステル等を用いた場合、十分な保存安定性が得られないという課題が残されていた。

【0008】

【特許文献1】 特開昭62-53910号公報

【特許文献2】 特開平3-141212号公報

【特許文献3】 特開平6-48921号公報

【特許文献4】 特開平9-255520号公報

【特許文献 5】 特開平 10-139627 号公報  
 【特許文献 6】 特開 2000-26238 号公報  
 【特許文献 7】 特開 2000-229816 号公報  
 【特許文献 8】 特開 2000-239123 号公報  
 【特許文献 9】 特開 2003-176211 号公報

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0009】

本発明は、皮膚刺激性が極めて低く、油性成分を多量に含有でき、クレンジング化粧料、保湿化粧料等に好適である油性増粘ゲル状組成物、特にポリオキシエチレングリセリル、エーテル脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビットエーテル脂肪酸エステル等を含む油性増粘ゲル状組成物の保存安定性を向上させる方法、そのような方法で安定化された油性増粘ゲル状組成物、及び安定化された油性増粘ゲル状組成物を含む化粧料を提供することを課題とする。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0010】

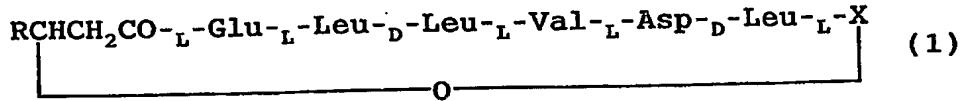
本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意検討を重ねた結果、リポペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤、水及び／または多価アルコール、および油性成分を含む油性増粘ゲル状組成物にトコフェロール類化合物を添加すると保存安定性が著しく向上することを見出し、本発明を完成するに至った。

## 【0011】

すなわち本発明は、以下の事項に関する。

1. リポペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤、水及び／または3価以上の多価アルコール、トコフェロール類化合物、及び油性成分を含むことを特徴とする油性増粘ゲル状組成物。
2. トコフェロール類化合物の添加量が油性増粘ゲル状組成物の0.01～2質量%である前記1に記載の油性増粘ゲル状組成物。
3. リポペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤を0.01～5質量%、水及び／または3価以上の多価アルコールを0.01～70質量%、油性成分を30～99質量%含む前記1に記載の油性増粘ゲル状組成物。
4. リポペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤が、下記一般式(1)

## 【化1】



(式中、Xはロイシン、イソロイシン、バリン、グリシン、セリン、アラニン、トレオニン、アスパラギン、グルタミン、アスパラギン酸、グルタミン酸、リジン、アルギニン、システイン、メチオニン、フェニルアラニン、チロシン、トリプトファン、ヒスチジン、プロリン、4-ヒドロキシプロリン及びホモセリンからなる群から選ばれるアミノ酸残基を表し、Rは炭素数8～14のノルマルアルキル基、炭素数8～14のイソアルキル基または炭素数8～14のアンテイソアルキル基を表わす。)で示されるサーファクチン、その同族体、及び／またはそれらの塩である前記1に記載の油性増粘ゲル状組成物。

5. Xが、ロイシン、イソロイシンまたはバリンである前記4に記載の油性増粘ゲル状組成物。

6. リポペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤が、サーファクチンナトリウムである前記1記載の油性増粘ゲル状組成物。

7. 油性成分が、ポリオキシエチレングリセリルエーテル脂肪酸エステル、及びポリオキシエチレンソルビットエーテル脂肪酸エステルから選ばれる1種または2種以上であることを特徴とする前記1に記載の油性増粘ゲル状組成物。

8. トコフェロール類化合物が、 $\alpha$ -トコフェロール、 $\beta$ -トコフェロール、 $\gamma$ -トコフェロール、 $\delta$ -トコフェロール、酢酸トコフェロール、及びコハク酸トコフェロールからなる群から選ばれる1種または2種以上である前記1に記載の油性増粘ゲル状組成物。

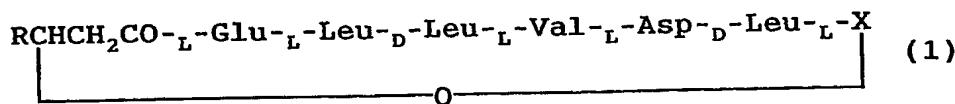
9. リポペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤、水及び/または3価以上の多価アルコール、及び油性成分を含む油性増粘ゲル状組成物に、トコフェロール類化合物を添加することを特徴とする油性増粘ゲル状組成物の保存安定性の向上方法。

10. トコフェロール類化合物の添加量が0.01~2質量%である前記9に記載の油性増粘ゲル状組成物の保存安定性の向上方法。

11. 油性増粘ゲル状組成物が、リポペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤を0.01~5質量%、水及び/または3価以上の多価アルコールを0.01~70質量%、油性成分を30~99質量%含む油性増粘ゲル状組成物である前記9に記載の油性増粘ゲル状組成物の保存安定性の向上方法。

12. リポペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤が、下記一般式(1)

【化2】



(式中、Xは、ロイシン、イソロイシン、バリン、グリシン、セリン、アラニン、トレオニン、アスパラギン、グルタミン、アスパラギン酸、グルタミン酸、リジン、アルギニン、システイン、メチオニン、フェニルアラニン、チロシン、トリプトファン、ヒスチジン、プロリン、4-ヒドロキシプロリン及びホモセリンからなる群から選ばれるアミノ酸残基を表し、Rは、炭素数8~14のノルマルアルキル基、炭素数8~14のイソアルキル基または炭素数8~14のアンテイソアルキル基を表わす。)で示されるサーファクチンの保存安定性の向上方法。

13. Xが、ロイシン、イソロイシンまたはバリンである前記12に記載の油性増粘ゲル状組成物の保存安定性の向上方法。

14. リポペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤が、サーファクチンナトリウムである前記9記載の油性増粘ゲル状組成物の保存安定性の向上方法。

15. 油性成分が、ポリオキシエチレングリセリルエーテル脂肪酸エステル、及びポリオキシエチレンソルビットエーテル脂肪酸エステルから選ばれる1種または2種以上であることを特徴とする前記9記載の油性増粘ゲル状組成物の保存安定性の向上方法。

16. トコフェロール類化合物が $\alpha$ -トコフェロール、 $\beta$ -トコフェロール、 $\gamma$ -トコフェロール、 $\delta$ -トコフェロール、酢酸トコフェロール、及びコハク酸トコフェロールからなる群から選ばれる1種または2種以上である前記9記載の油性増粘ゲル状組成物の保存安定性の向上方法。

17. 前記1~8のいずれかに記載の油性増粘ゲル状組成物を含むことを特徴とする化粧料。

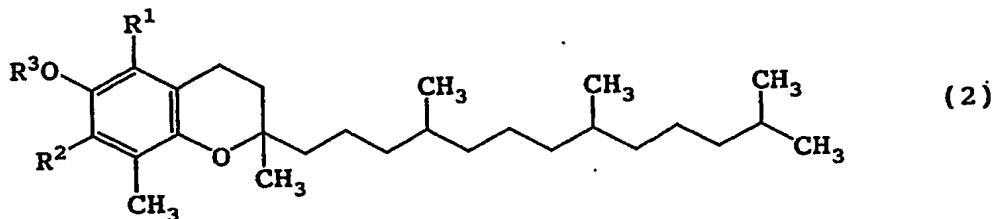
【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明において用いるトコフェロール類化合物は、下記一般式(2)

【化3】



(式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>は水素原子またはメチル基を表し、R<sup>3</sup>は水素原子またはカルボン酸残基を表わす。)で示される化合物、またはこの化合物を2種以上含有する組成物である。これらのうちα-トコフェロール(R<sup>1</sup>=メチル基、R<sup>2</sup>=メチル基、R<sup>3</sup>=水素原子)、β-トコフェロール(R<sup>1</sup>=メチル基、R<sup>2</sup>=H、R<sup>3</sup>=水素原子)、γ-トコフェロール(R<sup>1</sup>=水素原子、R<sup>2</sup>=メチル基、R<sup>3</sup>=水素原子)、δ-トコフェロール(R<sup>1</sup>=水素原子、R<sup>2</sup>=水素原子、R<sup>3</sup>=H)、およびそれらのエステルである酢酸トコフェロール、コハク酸トコフェロールが好ましい。特に、α-トコフェロール、δ-トコフェロールが好ましい。また、トコフェロール類は、d体、1体、dl体の区別は特に問わない。

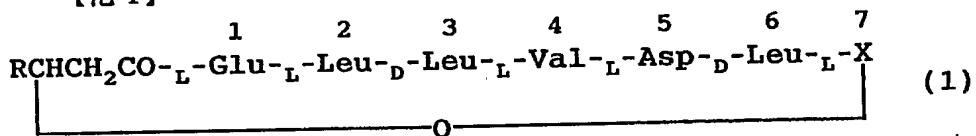
#### 【0013】

本発明において、リポペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤は、油性増粘ゲル状組成物が調製できるものであればいかなるものも使用することができる。リポペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤としては、サーファクチンの塩及びその同族体の塩が挙げられる。

#### 【0014】

ここで、サーファクチンとは、一般式(1)

#### 【化4】



で示される化合物、またはこの化合物を2種以上含有する組成物である。

#### 【0015】

上記一般式(1)において、Xはロイシン、イソロイシン、バリン、グリシン、セリン、アラニン、トレオニン、アスパラギン、グルタミン、アスパラギン酸、グルタミン酸、リジン、アルギニン、システイン、メチオニン、フェニルアラニン、チロシン、トリプトファン、ヒスチジン、プロリン、4-ヒドロキシプロリン及びホモセリンからなる群から選ばれるアミノ酸残基を表わす。好ましいXはロイシン、イソロイシンまたはバリンである。

#### 【0016】

Rは、炭素数8～14のノルマルアルキル基、炭素数8～14のイソアルキル基または炭素数8～14のアンテイソアルキル基である。ノルマルアルキル基は直鎖アルキル基、イソアルキル基は通常(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH-(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-からなる構造を有し、アンテイソアルキル基は通常CH<sub>3</sub>-CH<sub>2</sub>-CH(CH<sub>3</sub>)-(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-からなる構造を有する。

#### 【0017】

サーファクチンの同族体とは、上記一般式(1)のアミノ酸が他のアミノ酸に置き換わったものをいう。具体的には二番目のL-ロイシン、四番目のL-バリン、六番目のD-ロイシン等が他のアミノ酸に置き換わったものが挙げられるが、これらに限定されない。以下、本明細書においては「サーファクチンまたはその同族体」を一括して単に「サーファクチン」ということがある。

#### 【0018】

サーファクチンは通常は原核生物により生産される。原核生物としては、一般にバチルスズブチリス(Bacillus subtilis) IAM 1213株、IAM 1069株、IAM 1

259株、IAM 1260株、IFO 3035株、ATCC 21332株等のバチルス属微生物が用いられる。

**【0019】**

この微生物を培養し、精製することにより容易にサーファクチンを得ることができる。精製は、例えば培養液を塩酸等の添加により酸性にし、沈殿したサーファクチンをろ別し、メタノール等の有機溶媒に溶解し、その後適宜限外ろ過、活性炭処理、結晶化等を行うことによってなされる。

酸添加による沈殿はカルシウム塩の添加による沈殿におきかえてもよい (Biochem. Biophys. Res. Commun., 31 : 488-494 (1968))。

**【0020】**

サーファクチンは、上記バチルス属微生物等の原核生物によって産生されるものほか、他の製法、例えば化学合成法によって得られるものでも同様に使用することができる。

サーファクチンは、上記一般式(1)から分かるように無機塩や有機塩として利用することができる。対イオンとなる金属はナトリウム、カリウム、リチウム等のアルカリ金属、カルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類金属等をはじめとしてサーファクチンと塩を形成するものであれば種類を問わない。

**【0021】**

有機塩類としては、トリメチルアミン、トリエチルアミン、トリブチルアミン、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、リジン、アルギニン、コリン等を挙げることができる。

これらの中でもナトリウム、カリウム、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、リジン、アルギニンが好ましく、特にナトリウムが好ましい。

**【0022】**

サーファクチンのナトリウム塩は、サーファクチンナトリウムとして昭和電工株式会社からアミノフェクト（登録商標）の商品名で販売されているものを使用することができる。

**【0023】**

サーファクチン、その同族体、及び／またはそれらの塩などのリポペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤は、皮膚に対し極めて低刺激性である。サーファクチン、その同族体、及び／またはそれらの塩が皮膚に対して低刺激性であるのはサーファクチン及びその同族体が複雑な環状化合物で構成されたため、皮膚浸透性が小さいことによると考えられる。またサーファクチン、その同族体、及び／またはそれらの塩が皮膚刺激性物質を取り囲むマスキング効果により刺激性物質の刺激性を低減するものと考えられる。従って本発明によれば極めて皮膚刺激性の低い油性増粘ゲル状組成物が提供される。

**【0024】**

本発明におけるリポペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤の含有量は特に制限はないが、好ましくは0.01～5質量%、より好ましくは0.1～2質量%である。0.01質量%未満では十分にゲル化せず、また5質量%を超えて使用するとかえって安定性が損なわれることがある。

**【0025】**

本発明において用いる3価以上の多価アルコールは、通常化粧料で用いられ、本発明の油性増粘ゲル状組成物が調製できるものであれば特に制限はなく使用することができる。

このような多価アルコールとしては、例えば、グリセリン、ジグリセリン、ポリグリセリン、ソルビトール、マンニトール、キシリトール、マルチトール、エリスリトール、メントエリスリトール、グルコース、サッカロース、フルクトース、ラクトース、マルトース、キシロース、トレハロース等が挙げられる。これらは単独で使用してもよいし、2種以上を組み合わせて使用してもよい。

これらのうち特に好ましいのはグリセリン、ソルビトールである。

**【0026】**

本発明の油性増粘ゲル状組成物における水及び／または3価以上の多価アルコールの好

ましい含有量は、組成物全量に対して0.01～70質量%であり、0.05～39質量%がより好ましく、0.1～36質量%がさらに好ましい。0.01質量%未満では十分な安定性が保持できず、また70質量%を超えて使用すると十分量の油性成分を含有することができず、ゲル状にならない。

## 【0027】

本発明の油性増粘ゲル状組成物が水を含む場合は、粘度の低いゲルを調製することができ、化粧料のゲル材料として使用した場合に使用感を向上させることができる。また、油性相と水性相の屈折率を合わせることにより外観が透明なゲルを調製することができ、意匠性を向上させることができる。

## 【0028】

本発明で用いられる油性成分は、通常化粧料で用いられているものであれば特に制限はなく使用することができるが、1気圧25℃で液状またはペースト状のものが好ましく、液状油が好ましい。

## 【0029】

このような液状油としては、例えば、炭化水素類、高級アルコールエステル類、高級脂肪酸エステル類、トリグリセリド類、シリコーン油類、動植物油類、ソルビタン脂肪酸エステル類、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル類、ポリオキシエチレングリセリルエーテル脂肪酸エステル類、ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステル類、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル類等が挙げられ、好ましいものとしてはスクワラン、合成スクワラン、植物性スクワラン、流動イソパラフィン、流動パラフィン、ミネラル油、ホホバ油、アボガド油、アルmond油、オリーブ油、エクストラバージンオリーブ油、ゴマ油、コメヌカ油、米油、コメ胚芽油、コーン油、サフラワー油、大豆油、トウモロコシ油、ナタネ油、パーシック油、バーム核油、バーム油、ヒマシ油、ヒマワリ油、ハイオレイックヒマワリ油、グレープシード油、綿実油、ヤシ油、水添ヤシ油、牛脂、硬化油、馬油、ミンク油、卵黄油、卵黄脂肪油、ローズヒップ油、ククイナッツ油、月見草油、小麦胚芽油、落花生油、ツバキ油、ザザンカ油、マカデミアナッツ油、メドウホーム油、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸ブチル、バルミチン酸イソプロピル、ステアリン酸エチル、ステアリン酸ブチル、オレイン酸エチル、リノール酸エチル、リノール酸イソプロピル、カプリル酸セチル、ラウリン酸ヘキシル、ミリスチン酸イソオクチル、ミリスチン酸デシル、オレイン酸デシル、オレイン酸オレイル、リシノール酸セチル、ラウリン酸イソステアリル、ミリスチン酸イソトリデシル、ミリスチン酸イソセチル、ミリスチン酸イソステアリル、ミリスチン酸オクチルドデシル、バルミチン酸2-エチルヘキシル、バルミチン酸イソセチル、バルミチン酸イソステアリル、ステアリン酸2-エチルヘキシル、ステアリン酸イソセチル、オレイン酸イソデシル、オレイン酸オクチルドデシル、リシノール酸オクチルドデシル、イソステアリン酸エチル、イソステアリン酸イソプロピル、2-エチルヘキサン酸セチル、2-エチルヘキサン酸セトステアリル、2-エチルヘキサン酸ステアリル、イソステアリン酸ヘキシル、ジオクタン酸エチレングリコール、ジオレイン酸エチレングリコール、ジカプリル酸プロピレングリコール、ジ(カプリル・カプリン酸)プロピレングリコール、ジカプリン酸プロピレングリコール、ジオレイン酸プロピレングリコール、ジカプリン酸ネオベンチルグリコール、ジオクタン酸ネオベンチルグリコール、トリカプリル酸グリセリル、トリ2-エチルヘキサン酸グリセリル、トリ(カプリル・カプリン酸)グリセリル、トリイソパルミチン酸グリセリル、トリイソステアリン酸グリセリル、トリ2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、テトラ2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリチル、テトライソステアリン酸ペンタエリスリチル、ネオベンタン酸オクチルドデシル、オクタン酸イソセチル、オクタン酸イソステアリル、イソペラルゴン酸2-エチルヘキシル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、ジメチルオクタン酸オクチルドデシル、イソバルミチン酸2-エチルヘキシル、イソステアリン酸イソセチル、イソステアリン酸イソステアリル、イソステアリン酸オクチルドデシル、乳酸ラウリル、乳酸ミリストリル、乳酸オクチルドデシル、クエン酸トリエチル、クエン酸アセチルトリエチル、クエン酸アセチルトリプチル、

クエン酸トリオクチル、クエン酸トリイソセチル、クエン酸トリオクチルドデシル、リンゴ酸ジイソステアリル、ヒドロキシステアリン酸2-エチルヘキシル、コハク酸ジ2-エチルヘキシル、アジピン酸ジイソプロピル、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸ジオクチル、アジピン酸ジヘプチルウンデシル、セバシン酸ジエチル、セバシン酸ジイソプロピル、セバシン酸ジオクチル、12-ステアロイルヒドロキシステアリン酸イソセチル、12-ステアロイルヒドロキシステアリン酸イソステアリル、酢酸ポリオキシエチレン(3)ポリオキシプロピレン(1)イソセチルエーテル、酢酸ポリオキシエチレン(3)ポリオキシプロピレン(1)イソセチルエーテル、イソノナン酸イソノニル、イソノナン酸オクチル、イソノナン酸トリデシル、イソノナン酸イソトリデシル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(3)グリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(5)グリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(10)グリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(20)グリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(30)グリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(40)グリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(50)グリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(60)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(3)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(5)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(6)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(8)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(10)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(15)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(20)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(30)グリセリル、イソステアリン酸ポリオリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(40)グリセリル、イソステアリン酸ポリオリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(50)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(60)グリセリル、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(3)グリセリル、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(4)グリセリル、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(5)グリセリル、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(6)グリセリル、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(10)グリセリル、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(20)グリセリル、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(30)グリセリル、モノラウリン酸ポリオキシエチレンソルビット、オレイン酸ポリオキシエチレン(40)ソルビット、テトラオレイン酸ポリオキシエチレン(4)ソルビット、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(3)ソルビット、テトラオレイン酸ポリオキシエチレン(30)ソルビット、テトラオレイン酸ポリオキシエチレン(10)グリセリル、トリオレイン酸ポリオキシエチレン(20)グリセリル、トリオレイン酸ポリオキシエチレン(30)グリセリル、トリオレイン酸ポリオキシエチレン(50)グリセリル、トリオレイン酸ポリオキシエチレン(60)グリセリル、モノラウリン酸ポリオキシエチレンソルビット、オレイン酸ポリオキシエチレン(40)ソルビット、テトラオレイン酸ポリオキシエチレン(4)ソルビット、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(3)ソルビット、テトラオレイン酸ポリオキシエチレン(30)ソルビット、テトラオレイン酸ポリオキシエチレン(40)ソルビット、テトラオレイン酸ポリオキシエチレン(60)ソルビット、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(3)ソルビット、オレイン酸ポリオキシエチレン(40)ソルビット、テトラステアリン酸ポリオキシエチレン(60)ソルビット、ヘキサオレイン酸ポリオキシエチレン(6)ソルビット、ヘキサステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット、ペントオレイン酸ポリオキシエチレン(40)ソルビット、丁字油、オレンジ油、トウヒ油、炭酸ジカプリル、メチルボリシロキサン、メチルフェニルボリシロキサン、メチルハイドロジェンボリシロキサン、メチルシクロボリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、オクタメチルトリシロキサン、デカメチルテトラシロキサン、テトラデカメチルヘキサシロキサン、高重合メチルボリシロキサン、ジメチルシロキサン・メチル(ポリオキシエチレン)シロキサン・メチル(ポリオキシプロピレン)シロキサン共重合体、ジメチルシロキサン・メチル(ポリオキシプロピレン)シロキサン共重合体、ジメチルシロキサン・メチル(ポリオキシプロピレン)シロキサン共重合体、ジメチルシロキサン・メチルセチルオキシシロキサン共重合体、ジメチルシロキ

サン・メチルステアロキシシロキサン共重合体、ポリエーテル変性シリコーン、アルコール変性シリコーン、アルキル変性シリコーン、アミノ変性シリコーン等が挙げられる。

### 【0030】

本発明の安定化方法は、特にポリオキシエチレングリセリルエーテル脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビットエーテル脂肪酸エステル、すなわち、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(3)グリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(5)グリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(10)グリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(20)グリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(30)グリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(40)グリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(50)グリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(60)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(3)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(5)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(6)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(8)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(10)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(15)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(20)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(25)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(30)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(40)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(50)グリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(60)グリセリル、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(3)グリセリル、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(4)グリセリル、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(5)グリセリル、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(6)グリセリル、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(10)グリセリル、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(20)グリセリル、ジステアリン酸ポリオキシエチレン(4)グリセリル、トリオレイン酸ポリオキシエチレン(3)グリセリル、トリオレイン酸ポリオキシエチレン(5)グリセリル、トリオレイン酸ポリオキシエチレン(10)グリセリル、トリオレイン酸ポリオキシエチレン(20)グリセリル、トリオレイン酸ポリオキシエチレン(30)グリセリル、トリオレイン酸ポリオキシエチレン(40)グリセリル、トリオレイン酸ポリオキシエチレン(50)グリセリル、トリオレイン酸ポリオキシエチレン(60)グリセリル、モノラウリン酸ポリオキシエチレンソルビット、オレイン酸ポリオキシエチレン(40)ソルビット、テトラオレイン酸ポリオキシエチレン(4)ソルビット、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(3)ソルビット、テトラオレイン酸ポリオキシエチレン(40)ソルビット、トリステアリン酸ポリオキシエチレン(30)ソルビット、テトラオレイン酸ポリオキシエチレン(40)ソルビット、テトラオレイン酸ポリオキシエチレン(60)ソルビット、イソステアリン酸ポリオキシエチレン(3)ソルビット、オレイン酸ポリオキシエチレン(40)ソルビット、テトラステアリン酸ポリオキシエチレン(60)ソルビット、ヘキサオレイン酸ポリオキシエチレン(6)ソルビット、ヘキサステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット、ペンタオレイン酸ポリオキシエチレン(40)ソルビットを用いたときに特に好ましい効果が得られる。

これらは単独で使用してもよいし、2種以上を組み合わせて使用してもよい。

### 【0031】

本発明の油性増粘ゲル状組成物における油性成分の好ましい含有量は、30～99質量%であり、50～95質量%がより好ましい。30質量%未満ではゲル状にならず、また99質量%を超えると十分な安定性を保持できない。

### 【0032】

本発明の油性増粘ゲル状組成物には、紫外線吸収剤を配合することができる。ここで、紫外線吸収剤とは、通常サンスクリーン化粧品等に用いられ、紫外線A波または紫外線B波、あるいはその両方を低減させ、皮膚に対する紫外線の有害作用を低減させることができるものと定義する。

### 【0033】

このような紫外線吸収剤としては、p-アミノ安息香酸、グリセリル-p-アミノ安息

香酸、アミル-p-N, N-ジメチルアミノ安息香酸、2-エチルヘキシル-p-N, N-ジメチルアミノ安息香酸等のp-アミノ安息香酸誘導体；2, 4-ジイソプロピルケイ皮酸メチル、2, 4-ジイソプロピルケイ皮酸エチル、p-メトキシケイ皮酸カリウム、p-メトキシケイ皮酸ナトリウム、p-メトキシケイ皮酸イソプロピル、p-メトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル、p-メトキシケイ皮酸2-エトキシエチル、p-エトキシケイ皮酸エチル等のケイ皮酸誘導体；2, 4-ジヒドロキシベンゾフェノン、2, 2', 4, 4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシ-5-スルホベンゾフェノンナトリウム、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン-5-スルホン酸、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4, 4'-ジメトキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4, 4'-ジメトキシ-5-スルホベンゾフェノンナトリウム等のベンゾフェノン誘導体；サリチル酸-2-エチルヘキシル、サリチル酸フェニル、サリチル酸-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル等のサリチル酸誘導体；2-(2'-ヒドロキシ-5'-メトキシフェニル)ベンゾトリアゾール、4-tert-ブチル-4'-メトキシベンゾイルメタン等が挙げられる。

#### 【0034】

これらのうち、常温で固体のものは液状油に溶解または分散して使用することができる。常温で液状またはペースト状のものは、それ自身液状油として使用することもできるし、他の液状油と混合して使用することもできる。それ自身液状油として使用することができるもののうち特に好ましいのは、p-メトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル、または4-tert-ブチル-4'-メトキシベンゾイルメタンのp-メトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル溶液である。

#### 【0035】

さらに本発明の油性増粘ゲル状組成物には、抗酸化剤や香料を配合することもできる。これらは常温で固体のものは液状油に溶解または分散して使用することができる。常温で液状またはペースト状のものは、それ自身液状油として使用することもできるし、他の液状油と混合して使用することもできる。使用することができる抗酸化剤としては、例えばイトコフェロール、酢酸トコフェロール、ビタミンA類（例えば、レチノイン酸、レチノイニン酸エステル、レチノール、レチノイドなど）等が挙げられる。

#### 【0036】

本発明の油性増粘ゲル状組成物は、例えば多価アルコール及び／または水にリポペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤を溶解し、攪拌しながら油性成分を少量ずつ添加していくことにより調製することができる。多価アルコールと水を併用する場合は、水は油性成分を添加した後に添加してもよい。

#### 【0037】

油性成分は、所定量ずつ添加（分割添加）しても、連続的に添加（連続添加）してもよい。

分割添加の場合には、既に添加されている多価アルコール及び／または水の量の60質量%以下、好ましくは30質量%以下、より好ましくは10質量%以下の量を一度に添加し、攪拌して均一にする。それを繰り返すことにより必要量を添加する。

連続添加の場合、添加速度は既に添加されている多価アルコール及び／または水の量の60質量%/分以下、好ましくは30質量%/分以下、より好ましくは10質量%/分以下である。

#### 【0038】

また、他の成分を添加する場合は、油性成分を添加する前に添加しても、油性成分に溶解または分散させて添加しても、油性成分を全量添加した後に添加しても、油性成分を添加している途中で添加してもいずれの方法でもかまわない。多価アルコール及び／または水は、最初に全量を添加しても、添加量の一部を最初に使用して残りを後から添加してもよい。

#### 【0039】

本発明においては、油性増粘ゲル状組成物に水を添加することにより、極めて安定性に

優れ、クリーム、ローション等の化粧料に好適な乳化組成物を得ることができる。このような油性増粘ゲル状組成物を用いた乳化組成物の調製方法及び得られた乳化組成物もまた本発明に含まれる。

## 【0040】

本発明の油性増粘ゲル状組成物は透明な外観を有する組成物に調整することができる。  
ここで、「透明」とは、油性増粘ゲル状組成物を入れた直径30mmの透明バイアル瓶を通して該バイアル瓶の向こう側にある新聞の文字が識別可能であることを意味する。  
このような透明な外観を有する油性増粘ゲル状組成物は、そこに含まれる油性相と水性相の屈折率 $n_{D_20}^D$ をJIS K0062法に準じて測定するとき、それぞれの $n_{D_20}^D$ の差を0.01以内、好ましくは0.005以内になるようにすることで調製することができる。

## 【0041】

本発明の油性増粘ゲル状組成物の好ましい用途として化粧料等が挙げられ、例えばクリーム、ローション、クレンジングジェル、クレンジングクリーム等の基礎化粧料；ファンデーション、アイシャドウ、リップカラー、リップグロス等のメーキャップ化粧料；ヘアクリーム、スタイリングジェル、ヘアワックス等の頭髪用化粧料；シャンプー、リンス、ハンドソープ、ボディーソープ、洗顔フォーム等の洗浄料等に好適に使用することができる。これらの化粧料も本発明に含まれる。

## 【0042】

油性増粘ゲル状組成物を化粧料の用途に使用する場合には、化粧料に通常用いられる任意の成分を配合することができる。

## 【0043】

このような成分としては、例えば、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス等の炭化水素類；ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸イソプロピル等のエステル類、トリリソオクタン酸グリセリル、オリーブ油等のトリグリセライド類；メチルフェニルポリシロキサン、メチルポリシロキサン等のシリコーン油類；セタノール、ベヘニルアルコール等の高級アルコール類、ステアリン酸、オレイン酸等の脂肪酸類；グリセリン、1,3プロパンジオール、プロピレングリコール等の多価アルコール類；エタノール、イソプロピアルコール等の低級アルコール類；非イオン界面活性剤、陰イオン界面活性剤、陽イオン界面活性剤、両性界面活性剤、増粘剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、エモリエント剤、乳化剤、可溶化剤、抗炎症剤、保湿剤、防腐剤、殺菌剤、pH調整剤、色素、香料、粉体類、水等が挙げられる。

## 【0044】

さらに本発明の化粧料には、既存の化粧品原料を一般的な濃度で添加することもできる。例えば、化粧品原料基準第二版注解、日本公定書教会編、1984（薬事日報社）、化粧品原料基準外成分規格、厚生省薬務局審査課監修、1993（薬事日報社）、化粧品原料基準外成分規格追補、厚生省薬務局審査課監修、1993（薬事日報社）、化粧品品種別基準、厚生省薬務局審査課監修、1993（薬事日報社）、及び化粧品原料辞典、平成3年（日光ケミカルズ）等に記載されている全ての化粧品原料を使用することができる。

## 【0045】

本発明の化粧料において、好ましい任意成分として、非イオン界面活性剤類、高級脂肪酸類、高級アルコール類が使用される。中でもステアリン酸、ベヘニルアルコールが好ましい。これらの好ましい含有量は化粧料全量に対して0.01～10質量%であり、さらに好ましくは0.1～5質量%である。

このようにして得られる本発明の化粧料は、皮膚刺激がなく、クレンジング剤、保湿剤、クリーム、ローション等として極めて優れている。

## 【実施例】

## 【0046】

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれら実施例になんら限定されるものではない。なお、以下で掲げるグリセリンは含量98質量%以上のものを

2004-031145

使用した。また、サーファクチンナトリウムは昭和電工株式会社製アミノフェクト（登録商標）を使用した。%は質量%である。

【0047】

実施例1～14、比較例1～14

リボペプチド構造を有する陰イオン性界面活性剤（サーファクチンナトリウム）、多価アルコール（グリセリン）、油性成分（トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン（20）グリセリル、テトラオレイン酸ポリオキシエチレン（30）ソルビット、スクワラン、トリ2-エチルヘキサン酸グリセリン、トリ（カプリル・カプリン酸）グリセリン）、トコフェロール類化合物（ $\alpha$ -トコフェロール、 $\delta$ -トコフェロール、酢酸トコフェロール）及び水を表1に記載の配合割合（質量%）で下記の方法に従い実施例1～14、比較例1～14の油性増粘ゲル状組成物を調製した。

調製法：

グリセリンにサーファクチンナトリウムを溶解し、そこに水以外の残りの成分を少量ずつ添加し均一になるまで攪拌した。さらに水を添加し均一になるまで攪拌した。

得られた組成物を用いて保存安定性試験を行った。保存安定性試験は、試料をガラスビンに入れ、50℃で1週間及び2ヶ月放置後の状態を観察し、分離などの変化が認められる場合を「X」で表し、変化が認められない場合を「○」で表した。その結果を表1に示す。

【0048】

【表1】

実施例No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
A サーファクチンナトリウム グリセリン	1.0	1.0	1.0	0.7	0.7	0.7	0.9	0.9	0.9	0.1	5.0	0.9	0.9	0.9
	24.5	24.5	24.5	29.5	31.5	34.5	37.4	37.4	37.4	24.3	24.5	37.6	37.6	37.6
B トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(20)グリセリル テトラオレイン酸ポリオキシエチレン(80)ソルビット スクラン	4.7	4.7	4.7	4.7	15.0	8.0	5.0			4.7	4.7	0.1		0.1
								13.0	17.5	1.5				
トリ2-エチルヘキサン酸グリセリン トリ(カプリル・カプリン酸)グリセリン $\alpha$ -トコフェロール $\delta$ -トコフェロール	65.3				50.3	55.3	55.3	9.9	8.9	12.5	66.0	61.35	12.8	12.8
		65.3	65.3	65.3				33.0	29.5	41.9		42.8	42.8	
酢酸トコフェロール C 水	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.2			0.2		
					0.1					0.2				0.2
合計 評価 値	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

表1

[0049]

[表2]

比較例No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
A サーフアクテンナトリウム	1.0	1.0	1.0	0.7	0.7	0.7	0.7	0.9	0.9	0.9	0.1	5.0	0.9	0.9
グリセリン	24.5	24.5	24.5	24.5	29.5	31.5	34.5	37.4	37.4	37.4	24.3	24.5	37.6	37.6
B トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(20)グリセリル	4.7	4.7	4.7	4.7	15.0	8.0	5.0				4.7	4.7	0.1	
テトラオレイン酸ポリオキシエチレン(30)ソルビット														
スクワラン										13.0	17.5	1.5		0.1
トリ2-エチルヘキサン酸グリセリン	65.4									83.2	29.7	42.1		
トリ(カプリル・カプリン酸)グリセリン	65.4	65.4	65.4										43.0	
$\alpha$ -トコフェロール														
$\delta$ -トコフェロール														
酢酸トコフェロール														
C 水	4.4	4.4	4.4	4.4	4.4	4.4	4.4	5.6	5.6	5.6	4.4	4.4	5.6	5.6
合計	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
保存安定性 50℃ 1週間	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
価値 保存安定性 50℃ 2ヶ月	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×

表1 (続き)

## 【0050】

表1より明らかのように、本発明の油性増粘ゲル状組成物（実施例1～14）は比較例1～14と比べて保存安定性に優れていた。

## 【0051】

## 実施例15：クレンジング化粧料

表2に記載の処方で下記の調製法に従いクレンジング化粧料を調製した。

## 調製法：

グリセリンにサーファクチンナトリウムを溶解し、そこに水以外の残りの成分を少量ずつ添加し均一になるまで攪拌した。さらに水を添加し均一になるまで攪拌した。

## 【表3】

表2

成分	質量%
サーファクチンナトリウム	1
グリセリン	24.5
トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン(20)グリセリル	4.7
トリ2-エチルヘキサン酸グリセリン	35.4
トリ(カプリル・カブリン酸)グリセリン	30
δ-トコフェロール	0.1
香料	0.02
精製水	残量

得られたクレンジング化粧料を用いて前記と同様にして保存安定性試験を行ったところ、優れた保存安定性を示した。得られたクレンジング化粧料は、刺激が無く、なめらかな使用感で、クレンジング性と洗い流し性に優れていた。

## 【0052】

## 実施例16：保湿化粧料

表3記載の処方で下記の調製法に従い保湿化粧料を調製した。

## 調製法：

グリセリンにサーファクチンナトリウムを溶解し、そこに水以外の残りの成分を少量ずつ添加し均一になるまで攪拌した。さらに水を添加し均一になるまで攪拌した。

## 【表4】

表3

成分	質量%
サーファクチンナトリウム	0.7
グリセリン	34.5
スクワラン	55.3
トリ(カプリル・カブリン酸)グリセリン	6.4
δ-トコフェロール	0.1
香料	0.02
精製水	残量

得られた保湿化粧料を用いて前記と同様に保存安定性試験を行ったところ、優れた保存安定性を示した。得られた保湿化粧料は、刺激が無く、なめらかな使用感で、保湿性に優

れていた。

【産業上の利用可能性】

【0053】

本発明によれば、油性増粘ゲル状組成物の保存安定性を飛躍的に向上させることができ、これを化粧料として使用した場合、安定で、皮膚刺激性が極めて低く、使用感に優れ、保湿化粧料とした場合は保湿性に優れ、クレンジング化粧料とした場合にはクレンジング性と洗い流し性が良好な化粧料を提供することができる。